



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11031322 A**(43) Date of publication of application: **02.02.99**

(51) Int. Cl.

G11B 5/84
G11B 5/66
(21) Application number: **09184930**(22) Date of filing: **10.07.97**(71) Applicant: **KAO CORP**
(72) Inventor:
HARA KATSUTOSHI
OTSUKA KAZUTOSHI
SHIMIZU SATOSHI
ISHIKAWA AKIRA
(54) **PRODUCTION OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM**

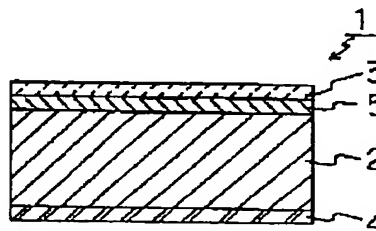
calender. Consequently, the magnetic recording medium having the good surface property and high output is obtd.

(57) Abstract:

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a medium which has excellent electromagnetic conversion characteristics and is capable of attaining a high recording density without causing the degradation in a product yield by executing a calender treatment of a magnetic layer after the formation of a back-coating layer.

SOLUTION: The magnetic recording medium 1 includes a nonmagnetic base 2, the magnetic layer 3 which is disposed on one surface side of this base and contains magnetic material powder and binder and a back-coating layer 4 which is disposed on the other surface side of the base 2. The thickness of the base 2 is specified to 25.5 μm . The back-coating layer 4 is formed by applying a back-coating material on the opposite surface of the base 2 and drying this coating film prior to the calender treatment of the magnetic layer 3. The calender treatment of the magnetic layer 3 is executed after the formation of the back-coating layer 4. As a result, the generation of wrinkles and the flawing of calender rolls are effectively prevented at the treatment of the



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-31322

(43)公開日 平成11年(1999)2月2日

(51)Int.Cl.⁴

識別記号

F I

G 1 1 B 5/84
5/66

G 1 1 B 5/84
5/66

A

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平9-184930

(22)出願日 平成9年(1997)7月10日

(71)出願人 000000918
花王株式会社
東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(72)発明者 原 克俊
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内
(72)発明者 大塚 和俊
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内
(72)発明者 清水 聡
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内
(74)代理人 弁理士 羽鳥 修 (外1名)

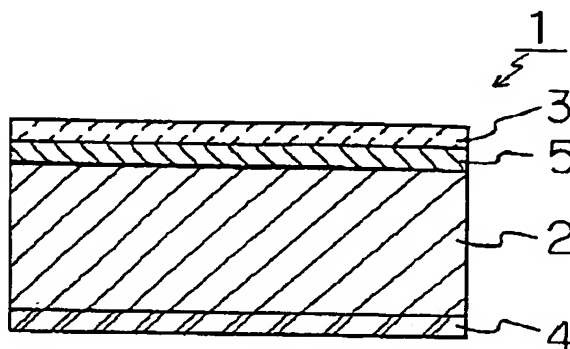
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体の製造方法

(57)【要約】

【課題】 製品収率の低下を引き起こすことなく、電磁変換特性に優れ、薄型でありながら高記録容量を達成し得る磁気記録媒体の製造方法を提供すること。

【解決手段】 真空成膜により形成された薄膜を少なくとも一方の面に有する厚み5.5 μ m以下の支持体における一方の面に、磁性体粉末と結合剤とを含有する磁性層を有し且つ反対の面にバックコート層を有してなる磁気記録媒体の製造方法において、バックコート層の形成後に磁性層のカレンダ処理を行なうことを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 真空成膜により形成された薄膜を少なくとも一方の面に有する厚み5.5 μm 以下の支持体における一方の面に、磁性体粉末と結合剤とを含有する磁性層を有し且つ反対の面にバックコート層を有してなる磁気記録媒体の製造方法であって、

上記バックコート層の形成後に上記磁性層のカレンダ処理を行なうことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項2】 上記バックコート層の形成前に上記磁性層を形成する、請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項3】 上記バックコート層の形成後に上記磁性層を形成する、請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項4】 上記バックコート層と上記磁性層とを同時に形成する、請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項5】 上記磁気記録媒体の全体の厚みが3~7 μm である、請求項1~4の何れかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項6】 上記支持体の両面に上記薄膜を形成する、請求項1~5の何れかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項7】 上記支持体と上記磁性層との間に上記薄膜を形成する、請求項1~5の何れかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電磁変換特性に優れた磁気記録媒体の製造方法に関し、特に薄型でありながら高記録容量を達成し得る磁気記録媒体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】近年、コンピュータ用のデータ記憶用としての磁気記録媒体に対して、記録の高容量化の要求が急速に高まってきている。記録の高容量化の方策としては、磁気記録媒体における記録密度を高める方法と、磁気記録媒体の記録層の面積を大きくして記録容量を増やす方法等が挙げられる。前者の方法としては、塗布型の磁気記録媒体においては保磁力が高く、しかも粒径の小さい強磁性粉末を用いる方法や、磁性塗料中のバインダ量を減らして強磁性粉末の密度を増加させる方法等が考えられる。また、後者の方法としては、例えば磁気テープの様にテープ状媒体をカセット内に収納するタイプの場合には、テープの厚みを薄くすることによって収納できるテープの量を増やすことにより記録容量を増やす方法等が考えられる。

【0003】しかしながら、上述した記録密度を上げるのに、強磁性粉末の粒径を小さくする方法をとった場合、磁性塗料中での強磁性粉末を良好に分散させること

が難しいため、粒径を小さくすることには現在のところ限界がある。また、バインダ量を減らして強磁性粉末の量を相対的に増やす方法は、磁性層の強度に影響を及ぼすために耐久性の面で問題が生じる可能性が高い。

【0004】また、上述した記録容量を増やすのに媒体の厚みを薄くする方法をとった場合、必然的にベースフィルムの厚みを薄くする必要がある。この場合には、薄いベースフィルム上に適当な厚みの塗膜を設けるので、ベースフィルムには適度な強度が要求されることになる。そこで本発明者らは、特定厚さの薄型ベースフィルムの片面または両面に金属性または半金属性の薄膜を真空成膜によって設け、その上に磁性塗料を塗布して成る、薄くても強度の高い塗布型磁気記録媒体を提案した（特願平9-78624号、特願平9-78625号および特願平9-142706号）。

【0005】本発明者らは、上記薄膜を設けた薄型ベースフィルムを用いた塗布型磁気記録媒体の性能や製品収率を更に高めるため、その製造方法について詳細な検討を行なった。

【0006】ところで、特開平3-19609号公報や特開平4-49169号公報には、本発明者らの提案と目的は異なるが、ベースフィルム上に真空蒸着膜を設け、その上に塗布型磁性層を設けた磁気記録媒体が開示されている。しかし、これらの公報には、ベースフィルム上に真空蒸着膜を設けた後に磁性塗料を塗布して磁性層を設ける以外の製造工程については具体的な記載がない。

【0007】一般に、塗布型の磁気記録媒体は、ベースフィルム上に磁性塗料を塗布した後、乾燥、カレンダ処理をこの順で行い、その後にバックコート層を設けることによって製造される。上記薄膜を設けた薄型ベースフィルムを用いて、この一般的な製造方法に従い上記公報（特開平3-19609号公報、特開平4-49169号公報）に記載の磁気記録媒体を製造した場合、磁性層塗工における乾燥炉出口のガイドロールなどでしわが発生したり、カレンダ処理時に薄膜のはがれ、樹脂ロールへの傷つきが発生することがある。その結果、磁気記録媒体の表面性低化に起因する出力の劣化が起き易くなり、結局、製品収率の低下を引き起こすことになる。

【0008】従って、本発明の目的は、製品収率の低下を引き起こすことなく、電磁変換特性に優れ、薄型でありながら高記録容量を達成し得る磁気記録媒体の製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは鋭意研究を行った結果、真空成膜により形成された薄膜を有する薄型の支持体を用いた塗布型磁気記録媒体の製造方法においては、従来バックコート層形成前に行なっていたカレンダ処理工程をバックコート層の形成の後に行なうことが有効であることを知見した。

【0010】本発明は、上記知見に基づきなされたもので、真空成膜により形成された薄膜を少なくとも一方の面に有する厚み5.5 μm 以下の支持体における一方の面に、磁性体粉末と結合剤とを含有する磁性層を有し且つ反対の面にバックコート層を有してなる磁気記録媒体の製造方法であって、上記バックコート層の形成後に上記磁性層のカレンダ処理を行なうことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法を提供することにより上記目的を達成したものである。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明の磁気記録媒体の製造方法の好ましい実施形態を、図1に示す磁気記録媒体の製造を例にとり説明する。

【0012】まず、本発明の磁気記録媒体の製造方法により得られる磁気記録媒体の構造について図1を参照して説明すると、図1に示す磁気記録媒体1は、非磁性支持体2と、該支持体2の一面側に設けられ且つ磁性体粉末および結合剤を含有する磁性層3と、該支持体2の他面側に設けられたバックコート層4とを具備している。そして、上記支持体2と上記磁性層3との間には、真空

成膜により形成された薄膜5が設けられている。

【0013】上記支持体2を構成する材料としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリシクロヘキシレンジメチレンテレフタレート、ポリエチレンビスフェノキシカルボキシレート等のポリエステル類、ポリエチレン、ポリプロピレン等のポリオレフィン類、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートプロピオネート等のセルロース誘導体、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン等のビニル系樹脂、ポリアミド、ポリカーボネート等のプラスチック材料などの非磁性材料が挙げられ、これらのうち高強度を有するポリエステル（PET、PEN等）を用いることが好ましい。これらの材料から構成される上記支持体には、必要に応じて一軸または二軸の延伸処理や、コロナ放電処理等が施されていてもよい。

【0014】上記支持体2の厚みは、薄型の磁気記録媒体を得る観点から5.5 μm 以下であり、好ましくは5.3 μm 以下である。このような薄型の支持体を用いた場合には、磁気記録媒体の製造工程中でしわが発生し易いが、本発明の製造方法によれば、そのような不具合が効果的に防止される。厚みの下限は、フィルムの強度の面から磁気記録媒体の実用的値として、好ましくは1.5 μm 、更に好ましくは3.0 μm である。尚、このような薄型の支持体を用いる場合には、その中心線平均粗さRaが1.5~7.0 nm（特に2.0~5.0 nm、とりわけ2.5~4.0 nm）であることが、磁気記録媒体の表面性および走行性の点から好ましい。

【0015】上記磁性層3は、上述の通り磁性体粉末および結合剤を含有している。上記磁性体粉末としては、

磁気記録媒体に通常用いられるもの、例えば強磁性金属酸化物粉末、強磁性金属粉末及び強磁性六方晶系フェライト粉末等を特に制限無く用いることができる。高密度記録を得るためには、針状の強磁性金属粉末や板状の強磁性六方晶系フェライト粉末が好ましい。

【0016】上記磁性体粉末の具体例としては、下記のもものが挙げられる。上記強磁性金属粉末としては、針状、紡錘状、板状または球状などの形状である、合金あるいは金属単体系の粉末、例えば、金属分が50重量%以上であり、該金属分の60重量%以上が少なくとも1種類の強磁性金属あるいは合金（例、Fe、Co、Ni、Fe-Co、Fe-Ni、Co-Ni、Co-Ni-Fe、Co-Ni-P、Co-Ni-Fe-B、Fe-Ni-Zn、Fe-Co-Cr）である粉末が挙げられる。この場合、該金属分の20重量%以下の範囲内で他の成分（例、Al、Si、S、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Y、Mo、Rh、Pd、Ag、Sn、Sb、Te、Ba、Ta、W、Re、Au、Hg、Pb、Bi、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Yb、Lu、B、P）を含んでいてもよい。更に窒化鉄、あるいは合金系に水酸化物または酸化物を含むもの等、更に、これら系の混合系の粉末でもよい。上記他の成分は合金状態として含有されていてもよく、また核となる金属成分の表面付近に酸化物ないし水酸化物の状態で局在化してもよい。また、上記強磁性六方晶系フェライト粉末はとして、微小平板状のバリウムフェライトおよびストロンチウムフェライト並びにそれらのFe原子の一部がTi、Co、Ni、Zn、V等の原子で置換された磁性粉末等が挙げられる。該強磁性六方晶系フェライト粉末には、必要に応じて、希土類元素や遷移金属元素を含有させることができる。

【0017】上記磁性層3に含有される上記結合剤は磁気記録媒体に用いられる公知のものなら、制限なく用いることが出来る。例えば熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂および反応型樹脂ならびにこれらの混合物等が挙げられる。具体的には、塩化ビニルの共重合体及びその変成物、アクリル酸、メタクリル酸及びそのエステル共重合体、アクリロニトリルの共重合体（ゴム系の樹脂）、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、エポキシ樹脂、繊維素系樹脂、ポリアミド樹脂等を用いることができる。上記結合剤の数平均分子量は2,000~200,000であることが好ましい。分散性を向上させるため、上記結合剤に、水酸基、カルボキシル基またはその塩、スルホン酸基またはその塩、リン酸基またはその塩、ニトロ基または硝酸エステル基、アセチル基、硫酸エステル基またはその塩、エポキシ基、ニトリル基、カルボニル基、アミノ基、アルキルアミノ基、アルキルアンモニウム塩基、スルホベタイン、カルボベタイン等のベタイン構造等の分極性の官能基（所謂、極性基）を含

有させてもよい。

【0018】上記磁性層3は、上記磁性体粉末および上記結合剤ならびに必要なに応じて用いられる各種添加剤等が溶剤に分散・溶解してなる磁性塗料を塗布することにより形成されている。上記溶剤としては、ケトン系溶剤、エステル系溶剤、エーテル系溶剤、芳香族炭化水素系溶剤、塩素化炭化水素系溶剤等を適宜選択して使用できる。また、特開昭57-162128号公報に記載の各種溶剤等を使用することもできる。上記添加剤としては、帯電防止剤、潤滑剤、研磨剤および硬化剤等を適宜選択して使用できる。また、特開昭57-162128号公報に記載の各種添加剤を使用することもできる。

【0019】上記磁性層3の厚みは、表面の平滑性を保ちつつ、単位体積内に出来るだけ多くの磁気テープを収容して高容量化を図り得る点から0.04~2.5 μ mであることが好ましく、0.07~1.8 μ mであることが更に好ましい。

【0020】上記バックコート層4は、無機粉末と結合剤とを含有する通常公知のバックコート塗料を塗布することにより形成されている。該バックコート塗料に含まれる成分には、上記無機粉末および結合剤のほか、帯電防止剤、潤滑剤、研磨剤、有機粉末および硬化剤等がある。これらの成分としては、上記磁性塗料に含まれる成分と同様のものが用いられる。該バックコート層4の厚みは、上記磁性層3の厚みとバランスがよく、カーリングやカップングを発生しないような厚みが好ましく、具体的には、0.05~2.5 μ mが好ましく、0.1~1.8 μ mが更に好ましく、0.2~1.5 μ mが最も好ましい。

【0021】上記支持体2と上記磁性層3との間には、真空成膜法による薄膜5が設けられている。該薄膜5を設けることによって、上記支持体2の厚みを小さくした場合であっても、磁気記録媒体の剛性の低下を防止することができ、その結果、薄型の磁気記録媒体であるにもかかわらず、低域から高域に亘る広い範囲で高出力を得ることが出来る。

【0022】上記薄膜5を形成する材料は、磁気記録媒体の剛性を最適化し得るものであれば、その種類に特に制限は無いが、特に、成膜性、剛性、強度、硬度の適正化の点から、金属もしくは半金属またはそれらの合金またはそれらの複合物から形成されていることが好ましい。尚、本明細書にいう「複合物」とは、金属もしくは半金属またはそれらの合金に、それらの酸化物、窒化物、炭化物等が混入したものをいう。

【0023】上記薄膜層5を形成する金属もしくは半金属またはそれらの合金としては、Fe、Ni、Co、Ti、W、Mo、Al、Mn、Cr、Cu、Zn、Zr、Sn、B、Si、Ge及びSbからなる群より選ばれる少なくとも1種の金属もしくは半金属またはそれらの合金またはそれらの複合物を用いることが好ましく、特に

好ましく用いられるものはCo、Cu、Al、Ti及びNi等の金属単体、Si、Ge等の半金属の単体、又はそれらの合金であり、とりわけ好ましく用いられるものはCo、Ti、Ni及びCu等の金属の単体、Si及びGe等の半金属の単体、又はそれらの合金である。上記薄膜5をこれらの材料から形成することによって、特に磁気記録媒体の剛性、強度及び硬度を一層適正化できるという利点がある。

【0024】上記薄膜5の厚みは、磁気記録媒体の全体の厚みや上記磁性層3の厚みと関係しており、磁気記録媒体に適度な剛性を付与し得る点から、0.05~1 μ mであることが好ましく、0.08~0.3 μ mであることが更に好ましい。

【0025】図1に示す磁気記録媒体1の全体の厚みは、一般に3~15 μ mであるが、後述するように、本発明の製造方法は、製造工程中でしわが発生易い、全体の厚みが3~7 μ m（特に4.2~6.8 μ m、とりわけ4.5~6.5 μ m）の薄型磁気記録媒体の製造に特に有効である。

【0026】次に、図1に示す磁気記録媒体1の製造方法について説明すると、まず、支持体2の一面に真空成膜法によって所定厚みの薄膜5を形成する。真空成膜法を用いることによって、形成される薄膜5の耐食性が極めて向上し、保存耐久性に優れた磁気記録媒体が得られる。斯かる真空成膜法としては、真空蒸着、スパッタリング、イオンプレーティング等が挙げられ、上記薄膜5を形成する材料等に応じ、適宜選択して用いられる。

【0027】次いで、コーターヘッドを用いて、薄膜5の上に磁性塗料を塗布して、該磁性塗料の塗膜を形成する。そして、該塗膜が未乾燥状態のうちに磁場配向処理を行い、塗膜中の磁性体粉末を配向させる。この磁場配向処理は、例えば、上記磁気記録媒体1が磁気テープの場合には、磁性塗料の塗布面に対して平行方向に約5000e以上、好ましくは約1,000~10,000eの磁界を印加する方法や、1,000~10,000eのソレノイド等の中を通過させる方法等により行うことができる。

【0028】次いで、上記塗膜を乾燥させて、磁性層3を形成する。この乾燥は、例えば、乾燥炉を用い、加熱された気体の供給により行うことができる。この際、気体の温度とその供給量を制御することにより塗膜の乾燥の程度を制御することができる。

【0029】而して、本発明においては、磁性層3のカレンダ処理に先立ち、支持体2の反対側の面にバックコート塗料を塗布して、該バックコート塗料の塗膜を形成し、該塗膜を乾燥させることによって、バックコート層4を形成する。そして、バックコート層4の形成後に、磁性層3のカレンダ処理を行う。このように、バックコート層4の形成後に、磁性層3のカレンダ処理を行うことによって、カレンダ処理時にしわが発生したり、カレ

10

20

30

40

50

ンダロールが傷付くこと等が効果的に防止される。その結果、後述する実施例からも明らかなように、表面性が良好であり、出力の高い磁気記録媒体を得ることができる。特に、上述のしわの発生やカレンダーロールの傷付きは、支持体の厚みや磁気記録媒体の全厚が小さい場合に顕著となるが、本発明の製造方法によれば、そのような場合であっても、しわの発生やカレンダーロールの傷付き効果的に防止することができる。即ち、本発明の製造方法は、薄型の支持体、例えば5.5 μm 以下（特に、5.3 μm 以下）の厚みを有する支持体を用いる場合

や、薄型の磁気記録媒体、例えば全体の厚みが3~7 μm （特に4.2~6.8 μm 、とりわけ4.5~6.5 μm ）である磁気記録媒体を製造する場合に極めて有効である。

【0030】上記カレンダー処理は、メタルロールとコットンロール又は合成樹脂ロールとの間や、二本のメタルロールの間を通すスーパーカレンダー法等により行うことができる。カレンダー処理の条件としては、線圧が好ましくは100~350 kg/cm 、特に好ましくは200~300 kg/cm であり、温度が好ましくは70~

120 $^{\circ}\text{C}$ 、特に好ましくは85~110 $^{\circ}\text{C}$ である。

【0031】上記カレンダー処理により、磁性層3の中心線平均粗さRaは、好ましくは3.0~6.0nm、特に3.5~4.8nmとなり、これによって磁気記録媒体の出力が高くなる。また、バックコート層の中心線平均粗さRaは、好ましくは5~12nm、特に6~9nmとなる。

【0032】カレンダー処理後には、例えば40~80 $^{\circ}\text{C}$ 下にて6~100時間エージングを行い、磁性層3やバックコート層4等の硬化を完了させる。次いで、例えば

磁気テープを得る場合には、所定幅に裁断し、更に研磨テープによるバーニッシュ処理を行い、引き続き不織布等によるクリーニング処理を行う。

【0033】以上、本発明の磁気記録媒体の製造方法を*

磁性塗料

- ・鉄を主体とする強磁性粉末 100重量部
〔保磁力：1750Oe、飽和磁化：125emu/g、平均長軸長：0.16 μm 〕
- ・結合剤（MR-110） 11重量部
〔日本ゼオン（株）製の塩化ビニル系共重合体樹脂の商品名〕
- ・結合剤（UR8300） 9重量部
〔東洋紡績（株）製のスルホン酸基含有ポリウレタン系樹脂の商品名〕
- ・研磨剤 8重量部
〔 α -アルミナ、平均一次粒径：0.10 μm 、モース硬度：9〕
- ・帯電防止剤 1重量部
〔カーボンブラック、平均一次粒子径：0.02 μm 〕
- ・潤滑剤（ミリスチン酸） 4重量部
〔ブチルステアレート〕 2重量部
- ・硬化剤（コロネートL） 4重量部
〔日本ポリウレタン工業（株）製のイソシアネート系硬化剤の商品名〕

* その好ましい実施形態に基づき説明したが、本発明は上記実施形態に制限されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲において種々の変更が可能である。例えば、上述の実施形態においては、バックコート層の形成前に磁性層を形成したが、これに代えて、バックコート層の形成後に磁性層を形成してもよく、或いはバックコート層と磁性層とを同時に形成してもよい。また、本発明の製造方法により製造される磁気記録媒体としては、図1に示すもののほか、図2に示すように薄膜5がバックコート層4側に形成されているものや、図3に示すように薄膜5が磁性層3側およびバックコート層4側の双方に形成されているもの等も挙げられる。また、図1~図3に示す構成の磁気記録媒体においては、磁性層3と薄膜5との間に非磁性または磁性の中間層が形成されていてもよい。該中間層は、厚さ0.5~2.0 μm 、特に0.7~1.8 μm であることが好ましい。該中間層が磁性の場合、磁性粉末として、Fe又はFeを主とする合金や、六方晶系Baフェライトなどを用いることが出来る。また、該中間層には、非磁性粉末、結合剤、溶剤等として上述した磁性層3に使用されるものと同じものを使用することが出来る。また、図1~図3に示す構成の磁気記録媒体においては、薄膜5の表面（図3の場合は少なくとも何れかの薄膜5の表面）にカーボンを主成分とする層が形成されていてもよい。また、本発明の製造方法は、全体の厚みの薄い磁気記録媒体、例えば8mmビデオテープ、DDSテープ、DVCテープ、DLTテープ等の磁気テープの製造に特に好適である。

【0034】

【実施例】以下、実施例により本発明の有効性を例証する。しかしながら、本発明の範囲は斯かる実施例に制限されるものではない。

【0035】〔実施例1〕下記配合の磁性塗料およびバックコート塗料を、下記の方法にて調製した。

【0036】

・溶剤（メチルエチルケトン／トルエン／シクロヘキサノン） 300重量部
（混合重量比1：1：1）

【0037】磁性塗料調製

強磁性粉末、研磨剤、帯電防止剤、及び結合剤を、溶剤により固形分濃度が83重量%となるように調整し、粉体混合機で混合して混合物とした。次に、該混合物を、強力な剪断を付加できる固練り機（連続式二軸混練用押し出し装置）で分散した後、溶剤により固形分濃度が35重量%となるように調整し、粒径0.8mmのチタニアビーズを備えたミリング装置（縦型式サンドミル）で更

＊に分散して混練物とした。次いで、該混練物に、潤滑剤を添加した後、溶剤により固形分濃度が塗料を塗布するために必要な濃度である30重量%となるように調整し、攪拌機で1時間攪拌した後、絶対濾過精度1μmの濾過フィルターを用いて濾過した。その後、濾過した混練物を予め攪拌機で攪拌しておき、硬化剤を添加することにより、磁性塗料を調製した。

【0038】

（b）バックコート塗料

・カーボンブラック 40重量部
（平均一次粒子径：17nm）
・ポリウレタン樹脂〔ニッポラン2301（商品名）〕 50重量部
〔日本ポリウレタン工業（株）製〕
・ニトロセルロース 20重量部
・硬化剤（コロネートL） 2重量部
〔日本ポリウレタン工業（株）製のイソシアネート系硬化剤の商品名〕
・溶剤（メチルエチルケトン／トルエン／シクロヘキサノン） 420重量部
（混合重量比1：1：1）

【0039】バックコート塗料調製

カーボンブラックに所定量の結合剤および溶剤を加え、これをニーダー、加圧ニーダー等で混練後、適量の溶剤で希釈し、サンドミル等で分散処理した後、固形分濃度が16重量%になるように溶剤を加え、攪拌機にて30分攪拌した後、絶対濾過精度1ミクロンの濾過フィルターを用いて濾過した。その後、濾過した混練物に硬化剤を添加し、バックコート塗料を調製した。

【0040】次に、下記（1）～（4）の工程を行うことにより、磁気記録媒体としての磁気テープを製造した。

【0041】（1）薄膜およびバックコート層の形成
非磁性支持体（厚み5.2μm、中心線平均粗さRa4.1nmのPETフィルム）の両面に、真空蒸着法によって厚み0.1μmのCo薄膜をそれぞれ形成した。一方のCo薄膜の表面に塗工スピード100m/minにて、上述の通り調製されたバックコート塗料を乾燥膜厚が0.5μmとなるように塗布し、30～120℃で乾燥処理を行ないバックコート層を形成した後、巻き取った。

【0042】（2）磁性層の形成

上述の通り調製された磁性塗料を塗料供給装置に貯蔵しておき、該塗料供給装置から、高性能ギャポンを用いて定量的にエクストルージョンタイプ塗布装置（シングルダイ）に送液した。そして、該塗布装置から磁性塗料を送液し、塗布直前に塗料送液ラインに設置した絶対濾過精度1ミクロンの濾過装置を用いて濾過した後、

（1）の工程によってバックコート層が形成された原反の反対側の面に、塗工スピード100m/minで送り出し、まず磁性層塗布面を防塵処理する。そして、磁性

塗料を乾燥膜厚が0.6μmになるように塗布し、塗膜が湿潤状態のうちに、磁束密度5000ガウスの永久磁石を用いて、配向処理を行い、更に磁束密度5000ガウスのソレノイド電磁石と熱風温度が30℃に調整された塗工ライン中の乾燥機とを用いて配向固定処理を行なった。その後、磁気記録媒体中の残留溶剤を規定の値（対磁性層重量：2000ppm以下）にするために、熱風温度が30～120℃に調整された塗工ライン中の乾燥機で乾燥処理を行なった後、巻き取った。

【0043】（3）カレンダー処理

防塵処理及び帯電防止処理を行なった後、磁気記録媒体の表面性を規定の値（中心線粗さRaが好ましくは4nm以下）にするために、カレンダー処理（鏡面化処理）を行なった。該カレンダー処理は、7段式スーパーカレンダーを用い、ラインスピードを100m/min、ロール線圧を300kg/cm、ロール表面温度を100℃として行った。尚、上記除塵処理及び帯電防止処理は上記カレンダー処理直前で行なった。

【0044】（4）スリット、組立工程

得られた原反を、所定条件下でエージングした後、ドライブに合わせて3.8mmにスリットし、バンケーキとした。このバンケーキを用いて全長が120mのテープ長さである磁気記録媒体としての磁気テープを得た。この磁気テープをテープカセットに装填し、DATテープカセットを得た。

【0045】〔実施例2〕実施例1において、支持体として厚み5.1μm、中心線平均粗さRa4.1nmのPETフィルムを用い、且つCo薄膜を磁性層側にのみ形成する以外は実施例1と同様にして磁気テープを得

た。

【0046】〔実施例3〕実施例1において、磁性層の形成後にバックコート層を形成し、次いでカレンダー処理を行う以外は実施例1と同様にして磁気テープを得た。

【0047】〔実施例4〕下記組成の中間層用磁性塗料を調製し、実施例1における磁性層と薄膜との間に中間層を、wet on wetの同時重層法（磁性層と中*

中間層用磁性塗料

- ・非磁性粉末（ α -酸化鉄：針状、平均長軸長 $0.18\mu\text{m}$ ） 100重量部
- ・研磨剤 12重量部
〔 α -アルミナ、平均一次粒子径： $0.10\mu\text{m}$ 、モース硬度：9〕
- ・帯電防止剤（カーボンブラック：平均一次粒子径： $0.02\mu\text{m}$ ） 2重量部
- ・結合剤（MR-110） 11重量部
〔日本ゼオン（株）製の塩化ビニル系共重合体樹脂の商品名〕
- ・結合剤（UR8300） 9重量部
〔東洋紡績（株）製のスルホン酸基含有ポリウレタン系樹脂の商品名〕
- ・潤滑剤（ミリスチン酸） 2重量部
（ブチルステアレート） 2重量部
- ・硬化剤（コロネートL） 4重量部
〔日本ポリウレタン工業（株）製のイソシアネート系の硬化剤の商品名〕
- ・溶剤（メチルエチルケトン／トルエン／シクロヘキサノン） 300重量部
（混合重量比1：1：1）

【0049】〔実施例5〕実施例1において、バックコート層と磁性層を同時に形成した以外は実施例1と同様にして磁気テープを得た。

【0050】〔比較例1〕実施例1において、磁性層の形成後にカレンダー処理を行い、その後にバックコート層を形成する以外は実施例1と同様にして磁気テープを得た。

【0051】〔比較例2〕実施例2において、磁性層の形成後にカレンダー処理を行い、その後にバックコート層を形成する以外は実施例2と同様にして磁気テープを得た。

【0052】〔比較例3〕実施例1において、支持体として厚み $5.1\mu\text{m}$ 、中心線平均粗さ $Ra10\text{nm}$ のPETフィルムを用い、且つ磁性層の形成後にカレンダー処理を行い、その後にバックコート層を形成する以外は実施例1と同様にして磁気テープを得た。

【0053】〔参考例〕実施例1において、支持体として厚み $9\mu\text{m}$ 、中心線平均粗さ $Ra4.1\text{nm}$ のPETフィルムを用い、且つ磁性層の形成後にカレンダー処理を行い、その後にバックコート層を形成する以外は実施例1と同様にして磁気テープを得た。

【0054】〔性能評価〕実施例および比較例で得られた磁気テープについて、磁性層およびバックコート層の中心線平均粗さ Ra ならびに磁気テープの出力を測定すると共に製造工程中でのしわの発生の有無を観察した。

* 間層の同時重層塗布）にて設け、且つ支持体として厚み $5.0\mu\text{m}$ のPETフィルムを用いる以外は実施例1と同様にして磁気テープを得た。尚、この磁気テープにおける磁性層の厚みは $0.1\mu\text{m}$ であり、中間層の厚みは $1.2\mu\text{m}$ であった。

【0048】

その結果を表1に示す。

【0055】＜中心線平均粗さ $Ra\text{ (nm)}$ ＞サーフコム553A（（株）東京精密製）を用い、針径 $2\mu\text{m}$ 、荷重 70mg 、拡大倍率20万倍、カットオフ 0.08mm の条件で測定を行い、下記式（i）から中心線平均粗さ $Ra\text{ (nm)}$ を求めた。

【0056】

【数1】

$$Ra = \frac{1}{l} \int_0^l |f(x)| dx \quad (i)$$

【0057】＜磁気テープの出力＞得られた磁気テープをDATテープカセットに装填し、これをMedia Logic製の「Tape Evaluator Model 4500」（商品名）にローディングした。そして、上記磁気テープに 4.7MHz の信号を記録し、これを再生した際の出力（再生出力）を測定し、参考例を基準として出力を求めた。尚、 4.7MHz の記録波長は $0.07\mu\text{m}$ であった。

【0058】＜しわの発生の有無＞カレンダーニップ最終出口の箇所で目視にて観察し、一瞬でもしわ発生がみられた場合、「しわの発生が有り」とし、全く観察されない場合、「しわの発生が無し」と判断した。

【0059】

【表1】

		支 持 体			薄膜形成面	製造順序	磁 気 テ ー プ				
		材 質	厚 み (μm)	表面粗さRa (nm)			厚 み (μm)	表面粗さRa(nm)		出 力 (%)	しわの発生 の有無
								磁性層	バックコート層		
実 施 例	1	PET	5.2	4.1	両 面	I	6.5	4.5	8.0	103	なし
	2	PET	5.1	4.1	磁性層側	I	6.3	4.5	8.0	102	なし
	3	PET	5.2	4.1	両 面	II	6.5	4.6	7.8	100	なし
	4	PET	5.0	4.1	両 面	I	6.9	4.2	8.0	110	なし
	5	PET	5.2	4.1	両 面	IV	6.5	4.5	7.8	103	なし
比 較 例	1	PET	5.2	4.1	両 面	II	6.5	5.7	13.0	90	あり
	2	PET	5.1	4.1	磁性層側	III	6.3	5.5	12.0	89	あり
	3	PET	5.1	10	両 面	III	6.4	6.3	15.0	80	なし
参考例		PET	9	4.1	両 面	III	10.3	4.5	13.0	100	なし

I・・・バックコート層形成後、磁性層を形成し、次いでカレンダー処理を行う。

II・・・磁性層形成後、バックコート層を形成し、次いでカレンダー処理を行う。

III・・・磁性層形成後、カレンダー処理を行い、次いでバックコート層を形成する。

IV・・・磁性層とバックコート層とを同時に形成し、次いでカレンダー処理を行う。

【0060】表1に示す結果から明らかなように、薄型の支持体を用い且つバックコート層の形成後に磁性層のカレンダー処理を行って製造された実施例の磁気テープは、厚型の支持体を用い且つ磁性層のカレンダー処理後にバックコート層を形成した参考例の磁気テープと同様に、製造工程においてしわが発生しないため、薄型の支持体を用い且つカレンダー処理の後にバックコート層を形成して製造された比較例の磁気テープに比して、表面性が良好となり、出力が高くなることが判る。

【0061】

【発明の効果】以上、詳述した通り、本発明の磁気記録媒体の製造方法によれば、薄型の支持体を用いた場合であっても製造工程において、しわが発生したりロールが傷付くことが防止される。従って、磁気記録媒体の表面性の低下が防止され、製品収率の低下を引き起こすことなく、電磁変換特性に優れた磁気記録媒体を製造することができる。また、本発明の磁気記録媒体の製造方法によれば、薄型でありながら高記録容量を達成し得る磁気*

*記録媒体を、製品収率の低下を引き起こすことなく製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の磁気記録媒体の製造方法によって製造される磁気記録媒体の一例の構造を示す模式図である。

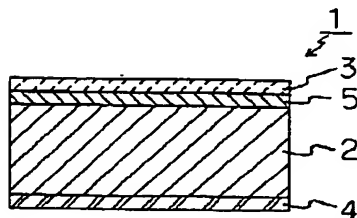
【図2】本発明の磁気記録媒体の製造方法によって製造される磁気記録媒体の他の例の構造を示す模式図である。

【図3】本発明の磁気記録媒体の製造方法によって製造される磁気記録媒体の他の例の構造を示す模式図である。

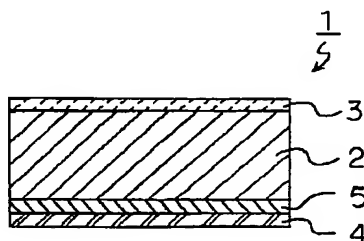
【符号の説明】

- 1 磁気記録媒体
- 2 支持体
- 3 磁性層
- 4 バックコート層
- 5 薄膜

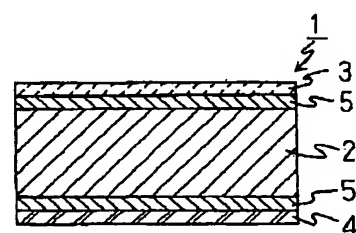
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 石川 彰
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内